

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001 年 3 月 8 日 (08.03.2001)

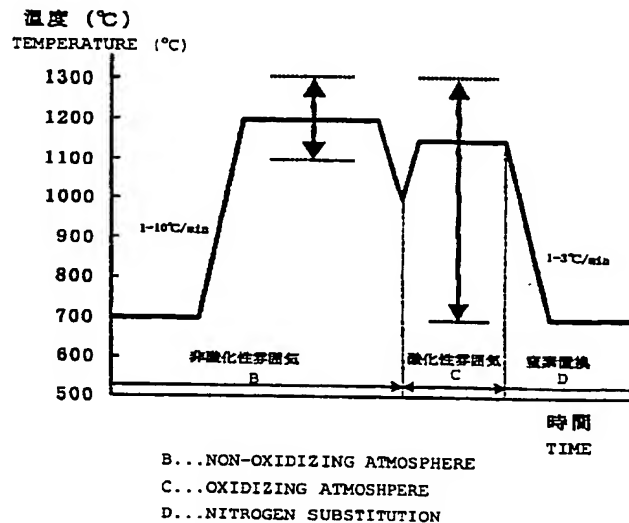
PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/17024 A1

- (51) 国際特許分類: H01L 27/12 (AKIYAMA, Shoji) [JP/JP]. 玉塚正郎 (TAMATSUKA, Masaro) [JP/JP]; 〒379-0196 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内 Gunma (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP00/05594
- (22) 国際出願日: 2000 年 8 月 21 日 (21.08.2000)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願平11/240946 1999 年 8 月 27 日 (27.08.1999) JP
特願2000/43764 2000 年 2 月 22 日 (22.02.2000) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.) [JP/JP]; 〒100-0005 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 好宮幹夫 (YOSHIMIYA, Mikio); 〒111-0041 東京都台東区元浅草2丁目6番4号 上野三生ビル4F Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (国内): KR, US.
- (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- (72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてののみ): 秋山昌次
- 2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: FABRICATION METHOD FOR PASTED SOI WAFER AND PASTED SOI WAFER

(54) 発明の名称: 貼り合わせSOIウエーハの製造方法および貼り合わせSOIウエーハ



(57) Abstract: A fabrication method for a pasted SOI wafer, comprising the steps of growing a silicon single crystal bar by a Czochralski method, slicing the single crystal bar into silicon single crystal wafers, heat-treating the wafers at 1100 to 1300°C for at least one min under a non-oxidizing atmosphere, and continuously heat-treating, without cooling to below 700°C, at 700 to 1300°C for at least one min under an oxidizing atmosphere to fabricate silicon single crystal wafers formed on the front surfaces thereof with silicon oxidizing films, and using the wafers as bonding wafers; and a pasted SOI wafer fabricated by this method. Whereby, it is possible to obtain an SOI wafer with a minimum crystal defect, excellent in wafer surface roughness and having a high-quality SOI layer with a high productivity and high yield and at low costs.

[続葉有]

BEST AVAILABLE COPY

BEST AVAILABLE COPY

WO 01/17024 A1



(57) 要約:

本発明によれば、貼り合わせＳＯＩウエーハの製造方法において、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成し、該単結晶棒をスライスしてシリコン単結晶ウエーハに加工した後、該シリコン単結晶ウエーハに非酸化性雰囲気下で１１００～１３００℃の温度の熱処理を１分以上加え、７００℃未満の温度に冷却することなく連続して酸化性雰囲気で７００～１３００℃の温度の熱処理を１分以上加えることにより表面にシリコン酸化膜が形成されたシリコン単結晶ウエーハを作製し、これをボンドウエーハとして用いる貼り合わせＳＯＩウエーハの製造方法、およびこの方法で製造された貼り合わせＳＯＩウエーハが提供される。これにより、結晶欠陥の少ないウエーハ表面粗さの優れた高品質のＳＯＩ層を有するＳＯＩウエーハを、高生産性、高歩留、低コストで得ることができる。

明 細 書

貼り合わせSOIウエーハの製造方法および貼り合わせSOIウエーハ

5 技術分野

本発明は、結晶欠陥が表面および表面近傍で非常に少ない貼り合わせSOIウエーハの製造方法及び貼り合わせSOIウエーハに関する。

背景技術

- 10 SOI (Silicon On Insulator) はデバイス作製領域となるシリコン層直下に絶縁膜としての埋め込み酸化膜 (BOX: Buried Oxide) を有し、省電力・高速デバイスのシリコン材料として期待されるものである。SOIウエーハ製造方法のひとつとして貼り合わせ法があるが、これは
- 15 2枚のシリコン単結晶ウエーハをボンドウエーハ (デバイスが作製されるSOI層となる基板) 及びベースウエーハ (SOI層を支持する基板) として酸化膜を介して貼り合わせ、ボンドウエーハを薄膜化してSOI構造を形成する方法である。この方法はSOI層の結晶性に優れ、BOXの絶縁性が高いという利点があるが、一方、SOI層の品質がこのボンドウエーハの質に大きく左右されるという欠点も存在する。
- 20 具体的には、チョクラルスキー法 (CZ法) で作製されたシリコンウエーハ中には、ポイド型欠陥であるCOP (Crystal Originated Particles) 等の微小な結晶欠陥 (Grown-in欠陥) が存在することが知られており、これらは酸化膜耐圧特性をはじめとするデバイス特性に悪影響を及ぼす。この問題を解決するために、ボンドウエーハに用いる基板としてCZウエーハに水素雰囲気でのアニールを施したウエーハやエピタキシャル層を形成したエピタキシャルウエーハを用いることにより、観察される欠陥が減少することが知られている (特開平9-22993号公報、特開平9-260619号公報参照)。
- 25

しかし、これらの方法では水素アニールまたはエピタキシャル成長などの熱処

理と、S O I ウェーハの埋め込み酸化膜を形成するための酸化膜形成熱処理の二つの熱処理が必要となり、コストの増大・スループットの低下などという問題が存在する。

また、エピタキシャルウェーハの場合、エピタキシャル層表面にヘイズ（面荒れ）が発生したり、マウンドと呼ばれる突起物が形成されることもあり、これらが貼り合わせ時の結合不良の原因となるため、一旦エピタキシャル層表面を研磨してから結合するといった手間が必要となる場合がある。

一方、水素アニールを行うことにより結晶欠陥が低減するのは、極表面層（0.5 μ m 程度）に限られているため、これ以上の膜厚を有するS O I ウェーハを作製した場合のS O I 表面には、結晶欠陥が低減されていない領域が露出することになるので、S O I ウェーハを作製してからさらに水素アニールを追加するといった対策をとらなければ、S O I 層全体にわたる結晶欠陥の低減をすることはできなかった。さらに、水素を用いたアニールは常に石英チューブやS i C 製のボート等をエッチングしてしまい、そこから金属不純物等の汚染が起こることもあり得る。

さらに、水素雰囲気中で熱処理を行った後は、熱処理炉内を窒素ガスで置換してからウェーハを取り出すことにより安全を確保する必要があるが、窒素ガス中に含まれる微量の酸素及び水分がウェーハ表面を局所的にエッチングしてしまい、ヘイズ等の表面粗さを悪化させ、これらが貼り合わせ時の結合不良の原因となるという問題点もあった。

また、最近では、C Z 法により単結晶育成時の成長速度と固液界面の温度勾配とを厳密にコントロールしながら結晶を引き上げれば、G r o w n - i n 欠陥が非常に低減されたC Z ウェーハができることが報告されている。このようなウェーハをボンドウェーハに用いればS O I 層の欠陥が少ないS O I ウェーハを作製することができることは容易に推測できるが、現実的にはこのような非常に厳しい成長条件で結晶を引き上げることは、当然のことながら製造歩留の低下につながり、結果的に多大なコストアップをもたらすものである。

一方、F Z 法で作製された単結晶であれば、C Z 単結晶に見られる様なC O P 欠陥はフリーであるが、現在の商用レベルで生産可能なF Z 結晶は直径150 m

mが限度であり、実験レベルでは200mmも可能であるが、今後の300mm、400mmといった大口径のウエーハに対する目処はたっていない。

発明の開示

- 5 本発明は、このような問題点に鑑みなされたもので、CZ法によって作製されたシリコン単結晶ウエーハの表層部のGrown-in欠陥を熱処理により効果的に低減あるいは消滅させたウエーハを貼り合わせウエーハのボンドウエーハとして用いることにより、結晶欠陥の少ない高品質のSOI層を有するSOIウエーハを、高生産性、高歩留、低コストで得ることを主たる目的とする。
- 10 上記課題を解決する本発明は、ボンドウエーハとベースウエーハとを酸化膜を介して貼り合わせた後、前記ボンドウエーハを薄膜化する貼り合わせSOIウエーハの製造方法において、
- 15 チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成し、該単結晶棒をスライスしてシリコン単結晶ウエーハに加工した後、該シリコン単結晶ウエーハに非酸化性雰囲気下で1100～1300℃の温度の熱処理を1分以上加え、700℃未満の温度に冷却することなく連続して酸化性雰囲気中で700～1300℃の温度の熱処理を1分以上加えることにより表面にシリコン酸化膜が形成されたシリコン単結晶ウエーハを作製し、該ウエーハを前記ボンドウエーハとして用いることを特徴とする貼り合わせSOIウエーハの製造方法である。
- 20 このように、貼り合わせSOIウエーハの製造方法において、チョクラルスキー法によって得られたウエーハに、非酸化性雰囲気下で1100～1300℃の温度の熱処理を1分以上加え、700℃未満の温度に冷却することなく連続して酸化性雰囲気中で700～1300℃の温度の熱処理を1分以上加えるようにして、表面にシリコン酸化膜が形成されたシリコン単結晶ウエーハを作製し、このシリ
- 25 コン単結晶ウエーハをボンドウエーハとして用いるようにすれば、半導体デバイス作製に有害なウエーハ表層部のGrown-in欠陥を短時間で消滅あるいは減少させた高品質のシリコン単結晶ウエーハをボンドウエーハとすることができ、結晶欠陥の少ない高品質のSOI層を有するSOIウエーハを、高生産性、高歩留、低コストで得ることができる。

また、本発明は、ボンドウエーハとベースウエーハとを酸化膜を介して貼り合わせた後、前記ボンドウエーハを薄膜化する貼り合わせＳＯＩウエーハの製造方法において、

5 チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成し、該単結晶棒をスライスしてシリコン単結晶ウエーハに加工した後、該シリコン単結晶ウエーハに非酸化性雰囲気下で１１００～１３００℃の温度の熱処理を１分以上加え、７００℃未満の温度に冷却することなく連続して酸化性雰囲気で７００～１３００℃の温度の熱処理を１分以上加えて表面にシリコン酸化膜が形成されたシリコン単結晶ウエーハを作製し、該ウエーハのシリコン酸化膜を通して水素イオンまたは希ガスイオンの少なくとも一方を表面から注入してイオン注入層を形成させたウエーハを前記ボンドウエーハとし、このボンドウエーハのシリコン酸化膜を介して前記ベースウエーハと密着させ、次いで熱処理を加えて前記イオン注入層で剥離することを特徴とする貼り合わせＳＯＩウエーハの製造方法である。

10

15 このように、貼り合わせＳＯＩウエーハの製造方法において、チョクラルスキー法によって得られたウエーハに、非酸化性雰囲気下で１１００～１３００℃の温度の熱処理を１分以上加え、７００℃未満の温度に冷却することなく連続して酸化性雰囲気で７００～１３００℃の温度の熱処理を１分以上加えるようにして、表面にシリコン酸化膜が形成されたシリコン単結晶ウエーハを作製し、該ウエーハのシリコン酸化膜を通して水素イオン等を表面から注入してイオン注入層を形成させたウエーハを前記ボンドウエーハとし、このボンドウエーハのシリコン酸化膜を介して前記ベースウエーハと密着させ、次いで熱処理を加えて前記イオン注入層で剥離するようにする方法（いわゆるイオン注入剥離法）を用いれば、高品質のシリコン単結晶ウエーハをボンドウエーハとすることができることに加えて、剥離後のＳＯＩウエーハの表面状態も良好であり、ＳＯＩ層の膜厚均一性に
20 優れたＳＯＩウエーハを比較的簡単な方法で製造することができる。

25

この場合、上記本発明の貼り合わせＳＯＩウエーハの製造方法によってイオン注入層で剥離されたボンドウエーハを新たなボンドウエーハとして用いることができる。

このように、本発明の貼り合わせＳＯＩウエーハの製造方法によってイオン注

- 入層で剥離されたボンドウエーハは、熱処理が加えられたことにより、表面から深さ $5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ 程度、あるいはそれ以上に及ぶ領域までGrown-in欠陥が消滅しており、しかもイオン注入層で剥離される薄膜は厚くても $1\mu\text{m}$ 程度であるので、薄膜が剥離された後のボンドウエーハであっても、充分な深さの無欠陥（低欠陥）領域を有する。従って、このウエーハを再利用するために表面を研磨したとしても、十分な無欠陥領域が残ることになり、これを新たなボンドウエーハとして用い、酸化膜を介してベースウエーハと貼り合わせた後、ボンドウエーハを薄膜化してSOIウエーハを作製すれば、貼り合わせ前のボンドウエーハにGrown-in欠陥を消滅させるための熱処理を再度加える必要がなく、高品質の貼り合わせSOIウエーハを効率良く製造することができる。

また、この場合、上記本発明の貼り合わせSOIウエーハの製造方法によってイオン注入層で剥離されたボンドウエーハを新たなベースウエーハとして用いることができる。

- 薄膜が剥離された後のボンドウエーハ表面の無欠陥領域よりも内部（バルク部）においては、熱処理の影響により酸素析出物が大量に発生している場合がある。このような場合には、このウエーハを新たなベースウエーハとして用い、酸化膜を介してボンドウエーハと貼り合わせた後、ボンドウエーハを薄膜化してSOIウエーハを作製すれば、重金属不純物等のゲッタリング能力の高い貼り合わせSOIウエーハを得ることができる。この場合、バルク部に酸素析出物が大量に発生していたとしても、表面近傍は前述の如く無欠陥領域であるため、酸素析出物がベースウエーハ表面に露出することがなく、ボンドウエーハとの貼り合わせに悪影響を及ぼすことがないという利点も有する。

この場合、前記非酸化性雰囲気は、アルゴン、窒素、あるいはアルゴンと窒素の混合ガスであることが好ましい。

- これらのアルゴン、窒素、あるいはアルゴンと窒素の混合ガス雰囲気は、取り扱いが簡単で、安価である利点があるからである。

また、この場合、前記酸化性雰囲気は、水蒸気を含む雰囲気であるものとすることができる。

このように、前記酸化性雰囲気を水蒸気を含む雰囲気とすれば、酸化速度が速

いため、極めて短時間で効率よく格子間シリコンを注入して欠陥を消滅させることができる。また、ボンドウエーハ表面に形成される酸化膜が比較的厚くなるため、BOXの厚さが厚いSOIウエーハを製造する用途に適している。

5 この場合、前記酸化性雰囲気、乾燥酸素雰囲気、または乾燥酸素とアルゴンもしくは窒素との混合ガス雰囲気であるものとすることもできる。

このように、前記酸化性雰囲気が、乾燥酸素雰囲気、または乾燥酸素とアルゴンもしくは窒素との混合ガス雰囲気であれば、酸化膜の成長速度が遅いので、熱処理後にボンドウエーハ表面に形成される酸化膜厚を薄くすることができるため、BOXの厚さが薄いSOIウエーハを製造する用途に適している。

10 また、前記酸化性雰囲気下での熱処理により形成される酸化膜厚を20～100nmとすることが好ましい。

このように前記酸化性雰囲気での熱処理により形成される酸化膜厚が20nm以上であれば、十分にボンドウエーハ表層部のCOPを除去することができる。また100nm以下とすれば、形成された酸化膜を除去する必要がある場合でも、
15 その工程に要する時間を短くすることができる。さらに、前記イオン注入剥離法を用いてSOIウエーハの製造をする場合には、酸化膜厚の面内バラツキの絶対値が小さくなるので、SOI層の膜厚均一性が良好になるという利点もある。

また、前記非酸化性雰囲気下での熱処理を行なう前のウエーハ表面に、予め酸化膜を形成しておいても良い。

20 このような酸化膜を形成しておけば、熱処理によるウエーハ表面への熱酸化膜の形成やエッチングによる面粗れからウエーハ表面を保護することができる。そのため、貼り合わせ時の結合不良を防止することができる。

さらに、この場合、前記酸化性雰囲気下での熱処理後のウエーハ表面の熱酸化膜の厚さを300nm以上にすることが好ましい。

25 このように、酸化性雰囲気下の酸化熱処理により厚さ300nm以上の熱酸化膜を成長させることにより、非酸化性雰囲気下での熱処理を行なう前のウエーハ表面に予め酸化膜を形成した場合においても、ウエーハ表面のCOPを酸化膜成長時の酸化シリコンのリフロー現象により消滅させることができるので、より確実にウエーハ表面のCOPを消滅させることができる。

また、前記チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成する際に、該単結晶棒の $1150 \sim 1080^{\circ}\text{C}$ における冷却速度を $2.3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上に制御しつつ育成することが好ましい。

5 このように、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成する際に、単結晶棒の $1150 \sim 1080^{\circ}\text{C}$ における冷却速度を $2.3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上に制御しつつ育成すれば、Grown-in欠陥のサイズが小さくなり、これに前記した熱処理を加えるため、より効果的にウエーハ表層部のGrown-in欠陥を消滅あるいは減少させることができる。従って、より高品質のSOI層を持つSOIウエーハを高生産性で得ることができる。

10 またこの場合、前記チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成する際に、窒素をドーピングしたシリコン単結晶棒を育成することが好ましい。

15 このように、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成する際に、窒素をドーピングしたシリコン単結晶棒を育成すれば、窒素をドーピングすることによりGrown-in欠陥のサイズが一層減少し、これに熱処理を加えるため、より効果的にウエーハ表層部のGrown-in欠陥を消滅あるいは減少させることができる。従って、より高品質のSOI層を持つSOIウエーハを高生産性で得ることができる。

20 この場合、前記チョクラルスキー法によって窒素をドーピングしたシリコン単結晶棒を育成する際に、該単結晶棒にドーピングする窒素濃度を、 $1 \times 10^{10} \sim 5 \times 10^{15} \text{ atoms}/\text{cm}^3$ にすることが好ましい。

これは、Grown-in欠陥の成長を十分に抑制するためには、 $1 \times 10^{10} \text{ atoms}/\text{cm}^3$ 以上にするのが好ましいことと、シリコン単結晶の単結晶化の妨げにならないようにするためには、 $5 \times 10^{15} \text{ atoms}/\text{cm}^3$ 以下にするのが好ましいからである。

25 さらに、前記チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成する際に、該単結晶棒に含有される酸素濃度を 18 ppm (JEIDA: 日本電子工業振興協会規格) 以下にすることが好ましい。

このように、低酸素とすれば、結晶欠陥の成長を一層抑制することができるし、表面層での酸素析出物の形成を防止することもできる。

そして、本発明の製造方法で製造された貼り合わせＳＯＩウエーハは、例えば、ＳＯＩ層がＣＺシリコン単結晶ウエーハからなり、ＳＯＩ層厚が５μｍ以下のＳＯＩウエーハであって、ＳＯＩ層の深さ方向の全領域にわたり、大きさが０．０９μｍ以上のＣＯＰが１．３個／ｃｍ^２以下である貼り合わせＳＯＩウエーハである。

このように、本発明の貼り合わせＳＯＩウエーハは、ＳＯＩ層膜厚が $0.5\mu\text{m}$ 以上のものであっても、ＳＯＩ層の深さ方向の全領域にわたり、ＣＯＰが極めて少ないＳＯＩウエーハとすることができる。さらに、本発明のＳＯＩウエーハはＳＯＩウエーハ作製後の水素アニール等を施す必要もなく、生産性も高い。

10 本発明は、ボイド欠陥を従来法よりも効率よく深い領域まで消滅することが可能であり、優れた品質のＳＯＩ層を形成することができる。また、非酸化性雰囲気
の熱処理と酸化性雰囲気の熱処理を同一のバッチで処理できるため、ＳＯＩ作
製工程における工程数が増加することなくコストアップにつながらないし、水
素を全く用いずに熱処理することもできるので、水素に起因する炉からの汚染や、
15 爆発の危険性もなく熱処理ができる。また、ＣＺウエーハを用いているので、
３００mm以上の大口径にも対応できる。

図面の簡単な説明

図 1 (A) ~ (E) は本発明の貼り合わせ S O I ウェーハの製造行程の一例を示したフロー図である。

図 2 は貼り合わせ前にボンドウエーハとなるシリコン単結晶ウエーハに加えられる熱処理の概要を示した図である。

図 3 は実施例 1、比較例 1 及び比較例 2 において、熱処理後のウエーハの C O P 数を測定した結果図である。

25 図4は実施例1、比較例1及び比較例2において、熱処理後のウェーハのTZDBの良品率を示した図である。

図 5 は実施例 1、比較例 1 及び比較例 2 において、熱処理後のウェーハの T D B の良品率を示した図である。

図 6 は実施例 1 ないし実施例 3 において、熱処理後のウェーハ表面の C O P 数

を測定した結果図である。

図 7 は実施例 4 において、S O I ウェーハの T Z D B 良品率を示した図である。

図 8 は実施例 4 において、S O I ウェーハの T D D B 良品率を示した図である。

図 9 (a) は、アニール雰囲気中の酸素濃度と C O P 数との関係を示した図で
5 あり、図 9 (b) は、アニールにより形成された酸化膜厚と C O P 数との関係を示した図である。

図 1 0 は本発明の熱処理と、従来の熱処理のそれぞれを別々のチューブで繰り返し施し、各熱処理毎のウェーハ中の金属不純物による汚染レベルの推移を比較した図である。

10

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の実施の形態を詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明は、チョクラルスキー法によってシリコンウェーハを得た後、このウェーハに非酸化性ガス、特にアルゴン、窒素、あるいはこれらの混合ガス雰囲気下での高温熱処理と酸化性雰囲気下での高温酸化熱処理を連続して施すことにより、ウェーハ表面および表層部の G r o w n - i n 欠陥を消滅あるいは低減し、しかもウェーハの表面粗さを向上させる事が可能であるという知見に基づき、このシリコンウェーハを貼り合わせ S O I ウェーハのボンドウェーハとして用いる
15 ことにより、優れた S O I 層を持つ S O I ウェーハを高生産性で製造することができることを見出し、諸条件を精査して完成されたものである。

前述のように、ウェーハ表面および表層部の G r o w n - i n 欠陥を消滅あるいは低減するため、通常の商業レベルで使われているのは、約 1 . 0 m m / m i n 以上の一般的な結晶成長速度で成長させたウェーハを水素雰囲気下で高温熱処理し、G r o w n - i n 欠陥を消滅させようとしたものである。この方法はすでに製品化され実際のデバイスの製造に用いられているが、ウェーハの表層部（例えば 0 ~ 5 μ m）においてはいぜんとして欠陥が残留していることが問題であった。
25

この原因としては以下の理由が考えられた。原子空孔の凝集体である G r o w

n - i n 欠陥を消滅させるのには2つの過程が必要である。すなわち、真性点欠陥が G r o w n - i n 欠陥へ移行するのを妨げる欠陥の内壁酸化膜の溶解過程と、それに引き続く格子間シリコンによる G r o w n - i n 欠陥の充填過程の二つである。

5 前記水素雰囲気下での高温熱処理では、ウエーハ表層部の G r o w n - i n 欠陥の内壁酸化膜の溶解は、その著しい酸素外方拡散効果により効率的に起きると考えられる。しかしながら格子間シリコンによる G r o w n - i n 欠陥の充填は、水素雰囲気下での高温熱処理では、ウエーハ表面からショットキー欠陥である格子間シリコンと原子空孔が両方注入されるため効率的には起こすことができない。

10 従って、水素雰囲気下での高温熱処理では格子間シリコンによる G r o w n - i n 欠陥の充填過程が長時間に亙るものとなり、特に直径換算でサイズが150nm以上の G r o w n - i n 欠陥を消滅させるためには1200℃にて5時間以上の高温・長時間の熱処理を必要とした。このことは、ウエーハの生産性を著しく低下させるばかりでなく、水素雰囲気下で長時間の高温熱処理を必要とすることになり、安全面においても好ましい方法とはいえない。さらには、長時間の高温熱処理を行うため、シリコン単結晶ウエーハ中の酸素析出核をも消滅させてしまうこととなり、デバイス工程で有効な重金属のゲッタリング効果をも失ってしまう問題点もある。

20 本発明者らはこれらの問題を、水素を爆発下限界（約4%）以上含まない非酸化性ガス、特にアルゴン、窒素、あるいはこれらの混合ガス雰囲気下で1100～1300℃の温度の熱処理を1分以上加えた後、700℃未満の温度に冷却することなく連続して酸化性雰囲気下で700～1300℃の温度の熱処理を1分以上加えることにより解決した。すなわちアルゴン、窒素、あるいはこれらの混合ガス雰囲気下での高温熱処理で欠陥内壁酸化膜の溶解過程を効率的に進行させ、さらに連続的に酸化性雰囲気下での熱処理に切り替えることにより格子間シリコンによる G r o w n - i n 欠陥の充填過程をも効率的に進行させることが可能となったのである。

25 ここで、欠陥の内壁酸化膜の溶解過程を水素を爆発下限界（約4%）以上含まない非酸化性ガス、特にアルゴン、窒素、あるいはこれらの混合ガス雰囲気下

での高温熱処理により行うこととしたのは、水素雰囲気下での高温熱処理後に連続して酸素雰囲気下での熱処理を行うことは安全上非常に難しいからである。水素雰囲気の代わりに水素を爆発下限界（約4%）以上含まない非酸化性ガス、特にアルゴン、窒素、あるいはこれらの混合ガス雰囲気を用いることにより、初めて2つの過程の熱処理を連続して安全に行うことが可能となる。また、非酸化性ガス、特にアルゴン、窒素、あるいはこれらの混合ガス雰囲気下での高温熱処理においても水素雰囲気下と同様に、Grown-in欠陥の内壁酸化膜の溶解はその酸素外方拡散効果により効率的に起きるため、水素雰囲気下と同様に効率良く短時間で欠陥内壁酸化膜の溶解過程を進行させることができる。

アルゴン雰囲気が水素雰囲気と同等の酸素の外方拡散効果を持つ理由として、アルゴン雰囲気下での1100～1300℃という高温熱処理では、ウエーハ表面の自然酸化膜がSiO₂ガスとして昇華し除去されるためであると考えられる。また、窒素雰囲気においては、酸素の外方拡散効果は同等であるが、表面の自然酸化膜が均一に除去されないため、熱処理前に予め自然酸化膜をHF水溶液にて除去しておくことが好ましい。さらにアルゴンと窒素との混合雰囲気においても、水素雰囲気と同等の外方拡散効果を得ることができる。

なおこの熱処理は、Grown-in欠陥の内壁酸化膜を十分に溶解するために、1100～1300℃の温度で1分以上行うこととした。

また、高温における窒素雰囲気下の熱処理ではシリコンウエーハ表面に非常に安定な熱窒化膜が形成されてしまい、その後のプロセスにおいてその膜を除去するのに手間がかかる場合や、窒素中の微量な酸素や水分によりウエーハ表面が面粗れを生ずることがある。そこで、本発明者らは熱処理前のウエーハ表面に予め保護酸化膜を形成しておくことにより、窒素雰囲気における不要な膜形成や表面粗れからウエーハ表面を保護することができることを見出した。

さらに、このような保護酸化膜は、不要な膜形成や表面粗れからウエーハ表面を保護できるとともに、熱処理中に炉内からウエーハ内部に拡散する重金属不純物汚染を防止する効果をも有する。

また、欠陥内壁酸化膜の溶解過程と格子間シリコンによるGrown-in欠陥の充填過程の熱処理を連続して行うこととしたのは、この2つの過程の熱処理

を連続して行わない場合、ウエーハの温度の低下により G r o w n - i n 欠陥の内壁酸化膜が再成長してしまい、結果的に欠陥を消滅あるいは低減することができなくなるからである。そのため G r o w n - i n 欠陥の内壁酸化膜が再成長する 7 0 0 ° C 未満の温度に冷却することなく連続的に 2 つの過程の熱処理を行うこととした。

そして、本発明では、G r o w n - i n 欠陥の充填過程を、酸化性雰囲気下の熱処理によることとした。これは、酸化性雰囲気下の熱処理では、水素雰囲気下の熱処理を継続した場合と異なり、ウエーハの表面から原子空孔が注入されることがなく格子間シリコンのみが注入されるため、効率良く格子間シリコンにより G r o w n - i n 欠陥を充填して、G r o w n - i n 欠陥を消滅させると共に、非酸化性雰囲気下の高温熱処理により活性化した表面を酸化することで表面粗れや汚染を防ぐことができるからである。

なお、この熱処理は十分に G r o w n - i n 欠陥を充填して消滅させるために、1 0 0 0 ~ 1 3 0 0 ° C で 1 分以上行うことが好ましいが、7 0 0 ° C 以上であれば G r o w n - i n 欠陥の減少と表面粗れを防ぐ効果を得ることができる。

ここで、この酸化性雰囲気としては、水蒸気を含む雰囲気や乾燥酸素 (dry O₂) 1 0 0 % 雰囲気、あるいは乾燥酸素とアルゴンもしくは窒素との混合ガス雰囲気等を適用することができる。

水蒸気を含む雰囲気の場合、酸化速度が速いため、7 0 0 ° C 程度の比較的低温でも極めて短時間で効率良く格子間シリコンを注入して欠陥を消滅させることができる。また、表面に形成される酸化膜は比較的厚くなるため、埋め込み酸化膜の膜厚が厚い S O I ウエーハを製造する場合に適している。

一方、乾燥酸素雰囲気、あるいは乾燥酸素とアルゴン若しくは窒素との混合ガス雰囲気の場合、酸化膜の成長速度が遅いので、熱処理後に形成される酸化膜を薄くすることができ、形成された酸化膜を H F 水溶液等で除去する必要がある場合、あるいは前記イオン注入剥離法を用いる場合に適している。

なお、混合ガス雰囲気を用いた場合等、酸化膜の成長速度が遅く、形成される酸化膜厚が薄い場合には、格子間シリコンを注入して欠陥を消滅させることができる効果が劣ることが懸念された。そこで本発明者らは、以下の実験により、ど

の程度の酸素濃度で、どれ程の厚さの酸化膜を形成すれば十分に欠陥を消滅させることができるかを確認した。

アルゴン 100% 雰囲気下、1200℃、40 分間アニールした後に、酸素濃度の異なる 6 種類のアルゴンと乾燥酸素の混合ガス（酸素濃度 0、10、20、
5 30、50、100%）で 20 分間アニールした後、ウエーハの表面を 5 μ m 研磨して 0.09 μ m 以上の COP を測定した結果をそれぞれ図 9 (a) (b) に示した。5 μ m 研磨した理由は、ウエーハ表層部における COP の消滅効果を観察するためである。図 9 (a) には、アニール雰囲気中の酸素濃度と COP 数との関係を示しており、図 9 (b) には、アニールにより形成された酸化膜厚と C
10 OP 数との関係を示している。

図 9 の結果から、混合ガス雰囲気中の乾燥酸素濃度が 10% 程度でも、形成される酸化膜厚 20 nm 以上であれば、乾燥酸素 100%（酸化膜厚 100 nm 程度）と同等の効果が得られることがわかる。

さらに、非酸化性雰囲気下での熱処理後に酸化性雰囲気中で熱処理することにより、チューブやボートからのウエーハへの汚染を最小限に防ぐ効果があることが
15 わかった。図 10 は、アルゴン 100% 雰囲気下、1200℃、40 分間アニールした後に、アルゴンと乾燥酸素の混合ガス（酸素濃度 30%）で 20 分間アニールする熱処理と、水素 100% またはアルゴン 100% で 1200℃、60 分間アニールする熱処理のそれぞれを別々のチューブで繰り返し熱処理し、各熱処
20 理毎のウエーハ中の金属不純物による汚染レベルの推移を比較したものである。汚染レベルの測定は、Semiconductor Diagnostics Inc.(SDI) 社製の、SPV (Surface Photo Voltage)（商品名：ウエーハ汚染モニターシステム）を用いた。

水素やアルゴンのみのアニールではチューブやボートのエッチングが起きるため、突発的に不純物レベルが悪化することが分かる。一方、酸化性雰囲気でのア
25 ニールを含む熱処理では、アニール工程においてウエーハ表面やボートやチューブ表面にも酸化膜が形成されるため、常に保護酸化膜が形成され、チューブやボートからの汚染を最小限に防ぐ効果があると考えられる。

このような 700～1300℃での酸化熱処理で消滅させることができるのは、シリコンウエーハ表面に現れていないウエーハ内部の結晶欠陥に限定される。そ

これは、ここでの欠陥の消滅は、酸化による表面からの格子間シリコンの注入によるボイド型結晶欠陥の充填によるものであるからである。従って、表面に露出しているCOPのようなボイド型結晶欠陥は、この酸化熱処理前のアルゴン雰囲気等の熱処理によるウエーハ表面のシリコン原子のマイグレーションにより消滅させておく必要がある。ところが、前記のように予め表面保護酸化膜を形成してあると、表面シリコン原子のマイグレーションが抑制されるため、表面のCOPの消滅が不十分になってしまう可能性がある。

そこで、本発明者らは非酸化性雰囲気下での熱処理の前に予め表面保護酸化膜を形成する場合には、前記700～1300℃での酸化熱処理後のウエーハ表面の熱酸化膜厚を300nm以上とすることにより、ウエーハ表面のCOPを十分に消滅させる方法を考えた。これは、酸化熱処理後にウエーハ表面の熱酸化膜厚が300nm以上であれば、その熱酸化膜を成長させる過程において、表面のCOPの形状が滑らかになり、実質的にCOPを消滅させたのと同じの効果を得ることができるからである。また、ウエーハ表面のCOPの平均サイズは100～200nmであり、300nm程度の厚さの酸化膜を形成すれば、COPを酸化膜中に取り込んで消滅させるのに充分だからである。

尚、この酸化熱処理で形成された酸化膜は、HF水溶液等で除去することができる。

さらに本発明者らは、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成する際に単結晶棒の1150～1080℃における冷却速度を2.3℃/min以上に制御する方法、および単結晶棒を育成する際に窒素をドーブしたシリコン単結晶棒を育成する方法により、サイズの大きいGrown-in欠陥の数が少ないシリコンウエーハを高生産性で生産し、上記本発明のアルゴン等の非酸化性熱処理及び酸化性熱処理に供することにより、さらにシリコン単結晶ウエーハのGrown-in欠陥を消滅・減少する効果を向上させることを発見した。

すなわち、Grown-in欠陥は結晶引き上げ中の1150～1080℃の温度帯でその凝集が起こると言われている。従って1150～1080℃の温度帯における冷却速度を2.3℃/min以上と速くし滞在時間を短くすることにより、Grown-in欠陥のサイズと数をコントロールすることが可能となる。

また、窒素をシリコン単結晶中にドーピングすると、シリコン中の原子空孔の凝集が抑制されることが指摘されている (T.Abe and H.Takeno, Mat.Res.Soc.Symp. Proc.Vol.262,3,1992)。この効果は原子空孔の凝集過程が、均一核形成から不均一核形成に移行するためであると考えられる。したがって、CZ法によりシリコン単結晶を育成する際に、窒素をドーピングすれば、Grown-in 欠陥の小さいシリコン単結晶およびこれを加工してシリコン単結晶ウエーハを得ることが出来る。しかも、この方法によれば、前記従来法のように、結晶成長速度を必ずしも低速化する必要がないため、高生産性でシリコン単結晶ウエーハを得ることが出来る。

また、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成する際に、単結晶棒に含有される酸素濃度を 18 ppm 以下にすることが好ましい。これは、このような低酸素濃度とすれば、結晶欠陥の成長を一層抑制することができ、またウエーハ表層部での酸素析出物の形成を防止することができるからである。特に、単結晶に窒素をドーピングした場合には酸素析出が促進されるので、上記酸素濃度とすることによりウエーハ表層部での酸素析出物の形成を防止することが好ましい。

本発明において、チョクラルスキー法において Grown-in 欠陥のサイズと数を冷却速度でコントロールするには、具体的には結晶の引き上げ速度を変化させればよい。例えば、ある特定の引き上げ装置を用いた場合、単結晶を引き上げ速度 1.8 mm/min にした場合は、同様の装置で 1.0 mm/min で引き上げた場合に比べて冷却速度は高くなる。その他の方法としては、引き上げ装置のホットゾーンと呼ばれる炉内部材の配置、構造等を変更しても 1150 ~ 1080 °C での冷却速度を調整することは可能である。

また、チョクラルスキー法による単結晶育成中に不純物窒素をドーピングする事によっても Grown-in 欠陥の大きさをコントロールすることができる。この場合、窒素をドーピングしたシリコン単結晶棒を育成するには、例えば特開昭 60-251190 号に記載されているような公知の方法によれば良い。

すなわち、シリコン単結晶棒を育成する前に、あらかじめ石英ルツボ内に窒化物を入れておくか、シリコン融液中に窒化物を投入するか、雰囲気ガスを窒素を含む雰囲気等とすることによって、引き上げ結晶中に窒素をドーピングすることがで

きる。この際、窒化物の量あるいは窒素ガスの濃度あるいは導入時間等を調整することによって、結晶中のドーブ量を制御することが出来る。

このように、チョクラルスキー法によって単結晶棒を育成する際に、窒素をドーブする事によって、結晶成長中に導入される *Grown-in* 欠陥の凝集を抑制することができる。

窒素をシリコン単結晶中にドーブすると、シリコン中に導入される結晶欠陥が小さくなる理由は、前述の通り原子空孔の凝集過程が、均一核形成から不均一核形成に移行するためであると考えられる。

従って、ドーブする窒素の濃度は、十分に不均一核形成を引き起こす、 $1 \times 10^{10} \text{ atoms/cm}^3$ 以上にするのが好ましく、より好ましくは $5 \times 10^{13} \text{ atoms/cm}^3$ 以上とするのがよい。これによって結晶欠陥の凝集を十分に抑制することができる。

一方、窒素濃度が、シリコン単結晶中の固溶限界である $5 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ を超えると、シリコン単結晶の単結晶化そのものが阻害されるので、この濃度を超えないようにする。

また、本発明では、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成する際に、単結晶棒に含有される酸素濃度を 18 ppm 以下にするのが好ましいが、単結晶棒に含有される酸素濃度を上記範囲に低下させる方法は、従来から慣用されている方法によれば良い。例えば、ルツボ回転数の減少、導入ガス流量の増加、雰囲気圧力の低下、シリコン融液の温度分布および対流の調整等の手段によって、簡単に上記酸素濃度範囲とすることが出来る。

こうして、チョクラルスキー法において、*Grown-in* 欠陥のサイズと数が低減されたシリコン単結晶棒が得られる。これを通常の方法にしたがい、内周刃スライサあるいはワイヤソー等の切断装置でスライスした後、面取り、ラッピング、エッチング、研磨等の工程を経てシリコン単結晶ウエーハに加工する。もちろん、これらの工程は例示列挙したにとどまり、この他にも洗浄等種々の工程があり得るし、工程順の変更、一部省略等目的に応じ適宜工程は変更使用することができる。

こうして、本発明においてボンドウエーハとなる *CZ* シリコン単結晶ウエーハ

5 5
が得られる。以下、このC Zシリコンウエーハを用いて本発明のS O Iウエーハを製造する方法について説明する。図1 (A) ~ (E) は、本発明の貼り合わせS O Iウエーハの製造行程の一例を示したフロー図であり、図2は貼り合わせ前にボンドウエーハとなるシリコン単結晶ウエーハに加えられる熱処理の概要を示した図である。

まず、ボンドウエーハとなるC Zシリコン単結晶ウエーハ5に対し、図1 (B) (C) 及び図2に示すように2段階ステップより構成される熱処理を行う。まず、一段目としてArガス100%雰囲気下で1100℃から1300℃の温度域において1分以上のアニールを行い、結晶中の酸素を外方拡散させボイド欠陥の酸化膜内壁を溶解させる。シリコン単結晶ウエーハ5には低欠陥層3が形成される(図1 (B)、図2)。続いて700℃未満の温度に下げることなく連続的に酸化性雰囲気下で700℃から1300℃の温度域において1分以上のアニールを行い酸化膜4を形成することによりSi/SiO₂界面より格子間シリコンの注入を行い、結晶中のより深いところまでボイド欠陥を消滅させ、低欠陥層3が拡大する(図1 (C)、図2)。この方法により、表面から深さ5μm~10μm程度、あるいはそれ以上までCOPを効果的に消滅させることができる。

なお、この熱処理を行うには、清浄度の管理された熱処理炉であれば広く市販されているどのような形態の熱処理炉であっても利用可能である。

例えば、ヒーター加熱式の横型あるいは縦型の拡散炉を用いても良いし、ランプ加熱式の毎葉式ウエーハ加熱装置を用いても良い、重要なことはGrown-in欠陥を効果的に消滅あるいは低減するために、十分な非酸化性雰囲気下での熱処理温度と熱処理時間、及びそれに引き続く十分な酸化性雰囲気下での熱処理温度と熱処理時間を確保し、なおかつ二つの熱処理間の温度が低下し過ぎないように連続的に行うことである。

25 5
そのためには、シリコン単結晶ウエーハ5を非酸化性ガス、特にアルゴン、窒素、あるいはアルゴンと窒素の混合ガス雰囲気下1100~1300℃の温度で1分以上の熱処理を施した後、700℃未満の温度に冷却することなく、引き続き酸化性雰囲気下700~1300℃の温度で1分以上酸化する必要がある。

前述のように、非酸化性ガス、特にアルゴン、窒素、あるいはアルゴンと窒

素の混合ガス雰囲気下の熱処理と酸化熱処理の間を連続的に処理しない場合、Grown-in欠陥の内壁酸化膜が再成長し結果的に欠陥を消滅あるいは低減することができなくなる。従ってウエーハ5を炉内から出さずに、ウエーハ5が700℃未満の温度に冷却する前に連続してアルゴン雰囲気等の熱処理と酸化熱処理を行うことが好ましい。また、同一温度で連続して熱処理を行うことにより熱処理時間を短縮することができる。

このようにするには、例えばアルゴン、窒素、あるいはアルゴンと窒素の混合ガス等の雰囲気下での熱処理を行った後に、炉内の温度を冷却せずに雰囲気ガスを排気し、引き続き所望の濃度の酸素ガスを導入して酸化熱処理を行うようにすればよい。本発明では、初段の欠陥内壁酸化膜の溶解を行う熱処理をアルゴン、窒素、あるいはアルゴンと窒素の混合ガス等の水素を爆発下限界（約4%）以上含まない非酸化性ガス雰囲気下で行うため、従来からある市販の熱処理炉を用いても安全に次段の酸化熱処理を行うことができる。

また、欠陥内壁酸化膜を溶解させるためのアルゴン、窒素、あるいはアルゴンと窒素の混合ガス等の非酸化性雰囲気下での熱処理を行なうウエーハ表面に、あらかじめ保護酸化膜を形成させてから行なう場合においては、その酸化膜形成熱処理は、内壁酸化膜を溶解させる熱処理の前段に組み入れて連続的に行なってもよいし、全く別の熱処理によりあらかじめ形成しておいてもよい。また、この酸化膜の形成はいわゆる乾燥酸素によるdry酸化や水蒸気を含むwet酸化のような熱酸化でもよいし、CVD（Chemical Vapor Deposition）法によるCVD酸化膜であってもよい。

なお、図1（C）、図2に示す2段目の酸化性雰囲気下での熱処理では、雰囲気に水蒸気を含まないdry酸化、あるいは水蒸気を含むwet酸化のどちらをも適用することができ、本発明の本質であるGrown-in欠陥に格子間シリコンを注入する効果及び面粗さを改善する効果としては同等の効果が期待できる。

次に図1（D）に示すように、このようにして製造された表面にシリコン酸化膜が形成されたシリコン単結晶ウエーハをボンドウエーハ1として用い、貼り合わせSOIウエーハを製造する。図1（D）に示すように、前の工程で形成された酸化膜4をSOIウエーハのBOXとして使用するため、工程の簡略化が可能

である。更に、A r アニールの後に酸化膜が形成されるので、膜質に優れたB O Xを形成することが可能となる。このB O Xを介してベースウエーハ2と室温で密着させ、さらに強固に結合するため200℃以上、通常は1000℃～1200℃程度の結合熱処理を加える。ベースウエーハ2としてはシリコン単結晶ウエーハが用いられるのが通常であるが、用途によっては絶縁性基板（石英、サファイア等）を用いてもよい。また、シリコン単結晶ウエーハを用いた場合には、ベースウエーハ2に酸化膜を形成してから結合することもできる。

結合熱処理を行った後は、ボンドウエーハ1に通常の研削、研磨等による薄膜化を行ってS O I ウエーハ10を作製する（図1（E））。こうして、ベースウエーハ2上に、酸化膜4から成るB O X 12と、低欠陥層3から成るS O I 層11が形成された貼り合わせS O I ウエーハ10を得ることができる。このS O I ウエーハ10のS O I 層11は、低欠陥層3から成るため、その深さ方向の全領域にわたりC O P等の欠陥が極めて少ないものとすることができる。なお、この場合、P A C E（Plasma Assisted Chemical Etching）と呼ばれる気相エッチングを行ってボンドウエーハ1の薄膜化を行うこともできる（特許第2565617号公報参照）。

また、イオン注入剥離法（スマートカットと呼ばれる技術、特開平5-211128号公報参照）を用いてS O I ウエーハを作製する場合には、前記2段熱処理によりシリコン単結晶ウエーハ5の表面に酸化膜4を形成した段階で、その酸化膜4を通して水素イオンあるいは希ガスイオンの注入を行ってボンドウエーハ1とし、ベースウエーハ2との結合を行う。

この場合、作製されるS O I 層膜厚のバラツキは、イオン注入深さのバラツキと酸化膜厚のバラツキを合わせたトータルのバラツキとなるので、これをできるだけ小さくするためには、ボンドウエーハ1となるシリコン単結晶ウエーハ5に形成される酸化膜4の厚さをできるだけ薄くして酸化膜バラツキの絶対値を小さくすることが望ましい。このため、酸化膜厚は100nm以下にすることが好ましく、また、欠陥消滅効果を十分に得るためには20nm以上とすることが好ましい。

尚、このようにボンドウエーハに形成する酸化膜厚を100nm以下にした場

合であって、S O I ウェーハのB O Xとして、これ以上の厚さがデバイス設計上必要とされる場合には、ベースウェーハに不足分の酸化膜を形成して結合すればよい。

また、このようなイオン注入剥離法によりS O I ウェーハを作製する際に剥離されたボンドウェーハを、新たなボンドウェーハ、あるいはベースウェーハとして用いることができる。前述のように、このように副生された剥離後のボンドウェーハは、その表層には十分な深さの無欠陥領域を有しており、バルク部では熱処理により十分な量の酸素析出物が析出するため、良好なボンドウェーハ、あるいはベースウェーハとなり得る。

この場合特に、本発明で副生されるウェーハは一方の面が剥離面であり、その反対側の面はもとのシリコンウェーハのままの平坦な面である。したがって、剥離面側のみに研削・研磨等の再処理を加えればよい。したがって、片面だけの処理であるので簡単であり、且つその取りしろも少なくて済む。すなわち、通常のシリコンインゴットからスライスしてシリコンウェーハを得る場合には、両面が切断面であるため、ラッピング、エッチング工程等が必要不可欠であり、その取りしろも多いものとなるが、本発明の剥離ウェーハは、片面が平坦であるため、これを基準に剥離面を研削・研磨すれば足り、わずかな取りしろで通常のシリコン鏡面ウェーハと同じ平坦な面を得ることができる。

そして、こうして剥離ウェーハを再処理して得られたシリコンウェーハを、S O I ウェーハのボンドウェーハ、あるいはベースウェーハとして再利用するようになれば、実質上1枚のシリコンウェーハから1枚のS O I ウェーハを得ることができ、材料としてのシリコンウェーハの利用率を著しく改善することができる。

以下、本発明の実施例および比較例を挙げて具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

(実施例1、比較例1、比較例2)

本発明の方法により、貼り合わせS O I ウェーハのボンドウェーハを製造し、その品質を評価した。ボンドウェーハとなるシリコン単結晶ウェーハとしては、8" ϕ C Zシリコン単結晶であって、結晶方位<1 0 0>、格子間酸素濃度[O i]

= 16 ppm (JEIDA) で、結晶引き上げ速度を 1.2 mm/min とし
て引上げられた単結晶から切出されたものを用いた。

このウエーハに本発明の熱処理を施した。ここではアニール炉として国際電気
社製の VERTX 3 (DD-813V) を用い、 1200°C で 40 分、Ar 1
5 00% 雰囲気下でアニールを行い、続いて同じ温度で酸素 30% Ar 70% の混
合ガスで 20 分間アニールを行った。形成された酸化膜厚は約 30 nm であった。

アニールを行ったウエーハはフッ酸溶液による酸化膜除去後に $5 \mu\text{m}$ 研磨を行
い、深い領域での COP 数 (サイズ $0.09 \mu\text{m}$ 以上) を測定した。COP 測定
には KLA テンコール社製の SurfScan SP1 を用いた。比較として同
10 じシリコン単結晶ウエーハに、 $\text{H}_2 / 1200^\circ\text{C} / 1$ 時間のアニールを行ったウ
エーハ (比較例 1) と、Ar $/ 1200^\circ\text{C} / 1$ 時間のアニールを行ったウエーハ
(比較例 2) を $5 \mu\text{m}$ 研磨し、同様に COP 数を測定した。

測定結果を図 3 に示す。この図 3 より、実施例 1 のウエーハの COP 数は 8 イン
チウエーハ中 400 個以下であり、 1.3 個/cm^2 以下の COP 密度となっ
15 ている。したがって、Grown-in 欠陥の消滅効果に関して本方法は従来の
 H_2 または Ar アニールよりも高い効果を有するといえる。

また、これらの $5 \mu\text{m}$ 研磨を行ったウエーハの酸化膜耐圧特性を測定した。測
定の結果を図 4 と図 5 に示す。なお、ここで言う TDDB (Time Dependent Dielectric Breakdown) の良品率とは、ゲート酸化膜厚 25 nm 、ゲート面積 4 mm^2 、ストレス電流値 0.01 A/cm^2 、室温の条件下で、酸化膜耐圧が 25 C/cm^2 以上を有するもの、もしくはゲート酸化膜厚 25 nm 、ゲート面積 4 mm^2 、ストレス電流値 0.01 A/cm^2 、 100°C の条件下で、酸化膜耐圧が 5 C/cm^2 以上を有するものを良品とした場合の良品率である。

また、ここで言う TZDB (Time Zero Dielectric Breakdown) の良品率とは、ゲート酸化膜厚 25 nm 、ゲート面積 8 mm^2 、判定電流値 1 mA/cm^2 、室温の条件下で、酸化膜耐圧が 8 MV/cm 以上を有するものを良品とした場合の良品率である。

図 4 及び図 5 より、酸化膜耐圧特性測定結果においても本方法で処理したウエーハは、深い領域においても H_2 または Ar アニールウエーハよりも優れた酸化

膜耐圧特性を示すことが分かる。

以上の結果により、本発明の方法を用いてボンドウエーハとなるシリコン単結晶ウエーハを作製すれば、結晶欠陥が少なく、また酸化膜耐圧特性にも優れたウエーハが得られることがわかった。従って、このようなシリコン単結晶ウエーハを用いてS O I ウエーハを作製すれば結晶欠陥の少ないS O I ウエーハが得られる。

上記の条件で作製された3種類のボンドウエーハを用い、イオン注入剥離法により約0.1 μm のS O I 層膜厚を有するS O I ウエーハを作製した。作製条件は以下の通りである。

- 10 1) 水素イオン注入条件：H⁺イオン、注入エネルギー30 KeV
 - 2) 剥離熱処理条件：酸化性雰囲気、500℃、30分
 - 3) 結合熱処理条件：窒素雰囲気（微量酸素含有）、1200℃、120分
 - 4) タッチポリッシュ（S O I 表面の微量研磨）あり
 - 5) ベースウエーハ酸化膜：300 nm
- 15 作製されたS O I ウエーハのCOPをHFディップ法により観察した。HFディップ法とは、上記のような薄いS O I 層を有するS O I ウエーハをHF 50%水溶液に浸漬すると、S O I 層を貫通する欠陥があれば、これを通してBOXにHFが到達して酸化膜がエッチングされ、エッチピットが形成されるが、このエッチピットを薄いS O I 層を透して光学顕微鏡により観察することにより、ウエーハのCOPを評価する方法である。測定結果を表1に示す。

(表1)

	熱処理雰囲気	COP密度(個/cm ²)
実施例1	Ar+Ar/O ₂	0.2
比較例1	H ₂ のみ	1.8
比較例2	Arのみ	1.9

表1より実施例のS O I ウエーハは、従来のボンドウエーハにH₂アニールあるいはArアニールしか施していないS O I ウエーハに比べてS O I 層を貫通するようなCOPが極めて少ないことが判る。また、前述のように、この実施例1のS O I ウエーハは、そのS O I 層の深さ方向の全領域にわたり、大きさが0.

0.9 μm 以上のCOPが1.3個/ cm^2 以下であるため、極めて高品質のSOIウェーハとすることができる。

また、実施例1のSOIウェーハを作製する際に副生された剥離後のボンドウェーハの周辺部には0.2~0.3 μm 程度の段差が残っていたが、表面の酸化膜を除去した後、剥離面を約1 μm 研磨するだけで段差を除去することができ、かつ酸素析出物が露出していない良好な鏡面が得られた。したがって、このウェーハを新たなボンドウェーハまたはベースウェーハとして使用しても、貼り合わせに支障がないことが確認できた。

10 (実施例1、実施例2、実施例3)

3種類のシリコン単結晶ウェーハを用いて本発明の方法により、貼り合わせSOIウェーハのボンドウェーハを製造し、その品質を比較した。用いたシリコン単結晶ウェーハは、実施例1で用いたウェーハ、実施例2として他の条件は実施例1と同じであるが結晶引き上げ速度を1.9 mm/min に速めて引上げられた単結晶から切出されたウェーハ、実施例3として他の条件は実施例1と同じであるが窒素を $10^{14} \text{ atoms}/\text{cm}^3$ 添加した単結晶から切出されたウェーハの3種類のシリコンウェーハである。これらのウェーハに、1200℃で40分、Ar 100%雰囲気下でアニールを行い、続いて同じ温度で酸素30% Ar 70%の混合ガスで20分間アニールを行った。HF溶液による酸化膜除去後に5 μm 研磨を行い、深い領域でのCOP数($\geq 0.09 \mu\text{m}$)を測定した。結果を図6に示す。

この図6より最もCOPの少ない結晶は、窒素をドーピングした結晶から成るウェーハであり、高速で引上げた結晶から成るウェーハ、通常速度で引上げた結晶から成るウェーハの順となる。よって、本方法では高速で引き上げた結晶や窒素ドーピング結晶を用いることにより更にGrown-in欠陥の少ないボンドウェーハを作製することができる。また高速で結晶を引き上げれば結晶引き上げの時間が短縮でき、スループットの向上を図ることができる。

また、上記3種類の条件で作製したボンドウェーハについても、実施例1と同一の方法でSOIウェーハを作製し、COPを評価した。その結果を表2に示す。

(表 2)

	ボンドウェーハ	COP密度(個/cm ²)
実施例1	通常引上げ速度、窒素ドーピングなし	0.2
実施例2	高速引上げ速度、窒素ドーピングなし	0.1
実施例3	通常引上げ速度、窒素ドーピングあり	0.01

表 2 から判るように、高速で引上げた結晶から成るシリコン単結晶ウェーハを用いた S O I ウェーハの C O P 密度は、通常のシリコン単結晶ウェーハを用いた S O I ウェーハの 2 分の 1 であり、窒素をドーピングした結晶から成るシリコン単結晶ウェーハを用いたものの C O P 密度は通常のもの 20 分の 1 となっている。したがって、高速で引き上げた結晶や窒素ドーピング結晶を用いることにより、さらに良好な S O I 層を持つ S O I ウェーハを得ることができる。

10 (実施例 4、比較例 3、比較例 4)

実施例 1 で用いたものと同じシリコン単結晶ウェーハに、Ar 100% 1200℃アニールを 40 分間行った後に、連続的に水蒸気を含む雰囲気での酸化を 1150℃で 240 分行って酸化膜を 1.0 μm 形成した。このウェーハをボンドウェーハとし S O I 層が 5 μm、B O X 層が 1 μm の貼り合わせ S O I を通常の研削・研磨手法により作製した。酸化膜厚測定には L e i t z 社製の M P V - S P を用いた。

このウェーハと、比較として H₂/1200℃/1 時間アニールを行ったウェーハ (比較例 3) と Ar/1200℃/1 時間アニールを行ったウェーハ (比較例 4) にいったん室温まで冷却した後に酸化熱処理 (水蒸気を含む雰囲気での酸化を 1150℃で 240 分) のみを加えたウェーハから作製した S O I ウェーハの酸化膜耐圧特性を比較した。用いたウェーハと酸化膜耐圧測定条件は実施例 1 と同一である。

結果を図 7 と 8 に示す。この結果、本発明の熱処理を加えたウェーハは、従来のアニール方法ではあまり効果が得られなかった S O I 層の厚さが 0.5 μm を

超える厚さのものであっても、TZDB、TDD Bとも、単に酸化熱処理を加えたウエーハと比較し優れた酸化膜耐圧を示すことが分かる。

5 なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

10 例えば、本発明においてチョクラルスキー法によって窒素のドーピングの有無にかかわらずシリコン単結晶棒を育成するに際しては、融液に磁場が印加されているか否かは問われないものであり、本発明のチョクラルスキー法にはいわゆる磁場を印加するMCZ法も含まれる。

15 また、本発明の本質的部分である非酸化性雰囲気下の高温熱処理及び酸化性雰囲気下の熱処理はウエーハ加工工程中のいかなるプロセスにおいても適用可能である。例えばウエーハ切断後の化学エッチング工程後、またはその後の工程である粗研磨工程後、あるいは最終研磨工程後等に本発明の熱処理を適用することができる。

20 また、本発明の非酸化性ガス雰囲気下での熱処理とは、上記実施形態ではアルゴンまたは窒素ガスを使用する場合を中心に説明したが、必ずしも雰囲気がアルゴンまたは窒素ガスにのみ限定されるものではなく、これらのガスに爆発下限界以下の微量の水素を混合させたガスや、ヘリウム、ネオン、クリプトン、キセノンといった希ガスでアルゴンと同様の効果のあるガスであれば適用することができ、本発明の範囲に含まれるものである。

またアルゴンと窒素の混合ガス雰囲気下での熱処理についても、同様にアルゴン以外の希ガスを適用することができる。

請 求 の 範 囲

1. ボンドウエーハとベースウエーハとを酸化膜を介して貼り合わせた後、前記ボンドウエーハを薄膜化する貼り合わせSOIウエーハの製造方法において、

- 5 チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成し、該単結晶棒をスライスしてシリコン単結晶ウエーハに加工した後、該シリコン単結晶ウエーハに非酸化性雰囲気下で1100～1300℃の温度の熱処理を1分以上加え、700℃未満の温度に冷却することなく連続して酸化性雰囲気中で700～1300℃の温度の熱処理を1分以上加えることにより表面にシリコン酸化膜が形成されたシリ
- 10 コン単結晶ウエーハを作製し、該ウエーハを前記ボンドウエーハとして用いることを特徴とする貼り合わせSOIウエーハの製造方法。

2. ボンドウエーハとベースウエーハとを酸化膜を介して貼り合わせた後、前記ボンドウエーハを薄膜化する貼り合わせSOIウエーハの製造方法において、

- 15 チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成し、該単結晶棒をスライスしてシリコン単結晶ウエーハに加工した後、該シリコン単結晶ウエーハに非酸化性雰囲気下で1100～1300℃の温度の熱処理を1分以上加え、700℃未満の温度に冷却することなく連続して酸化性雰囲気中で700～1300℃の温度の熱処理を1分以上加えて表面にシリコン酸化膜が形成されたシリコン単結晶
- 20 ウエーハを作製し、該ウエーハのシリコン酸化膜を通して水素イオンまたは希ガスイオンの少なくとも一方を表面から注入してイオン注入層を形成させたウエーハを前記ボンドウエーハとし、このボンドウエーハのシリコン酸化膜を介して前記ベースウエーハと密着させ、次いで熱処理を加えて前記イオン注入層で剥離することを特徴とする貼り合わせSOIウエーハの製造方法。

25

3. 請求項2に記載された貼り合わせSOIウエーハの製造方法によってイオン注入層で剥離されたボンドウエーハを新たなボンドウエーハとして用いることを特徴とする貼り合わせSOIウエーハの製造方法。

4. 請求項2に記載された貼り合わせSOIウエーハの製造方法によってイオン注入層で剥離されたボンドウエーハを新たなベースウエーハとして用いることを特徴とする貼り合わせSOIウエーハの製造方法。

5. 前記非酸化性雰囲気、アルゴン、窒素、あるいはアルゴンと窒素の混合ガスであることを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれか1項に記載した貼り合わせSOIウエーハの製造方法。

6. 前記酸化性雰囲気が、水蒸気を含む雰囲気であることを特徴とする請求項1ないし請求項5のいずれか1項に記載した貼り合わせSOIウエーハの製造方法。

7. 前記酸化性雰囲気が、乾燥酸素雰囲気、または乾燥酸素とアルゴンもしくは窒素との混合ガス雰囲気であることを特徴とする請求項1ないし請求項5のいずれか1項に記載した貼り合わせSOIウエーハの製造方法。

8. 前記酸化性雰囲気下での熱処理により形成される酸化膜厚を20～100nmとすることを特徴とする請求項1ないし請求項7のいずれか1項に記載した貼り合わせSOIウエーハの製造方法。

9. 前記非酸化性雰囲気下での熱処理を行なう前のウエーハ表面に、予め酸化膜を形成しておくことを特徴とする請求項1ないし請求項8のいずれか1項に記載した貼り合わせSOIウエーハの製造方法。

10. 前記酸化性雰囲気下での熱処理後のウエーハ表面の熱酸化膜の厚さを300nm以上にすることを特徴とする請求項9に記載した貼り合わせSOIウエーハの製造方法。

11. 前記チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成する際に、該単結晶棒の1150～1080℃における冷却速度を2.3℃/min以上に制御

しつつ育成することを特徴とする請求項 1 ないし請求項 10 のいずれか 1 項に記載した貼り合わせ S O I ウエーハの製造方法。

5 12. 前記チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成する際に、窒素をドーピングしたシリコン単結晶棒を育成することを特徴とする請求項 1 ないし請求項 11 のいずれか 1 項に記載した貼り合わせ S O I ウエーハの製造方法。

10 13. 前記チョクラルスキー法によって窒素をドーピングしたシリコン単結晶棒を育成する際に、該単結晶棒にドーピングする窒素濃度を、 $1 \times 10^{10} \sim 5 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ にすることを特徴とする請求項 12 に記載した貼り合わせ S O I ウエーハの製造方法。

15 14. 前記チョクラルスキー法によってシリコン単結晶棒を育成する際に、該単結晶棒に含有される酸素濃度を 18 ppm 以下にすることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 13 のいずれか 1 項に記載した貼り合わせ S O I ウエーハの製造方法。

15 15. 請求項 1 ないし請求項 14 に記載した方法によって製造された貼り合わせ S O I ウエーハ。

20

16. S O I 層が C Z シリコン単結晶ウエーハからなり、S O I 層厚が $5 \mu\text{m}$ 以下の S O I ウエーハであって、S O I 層の深さ方向の全領域にわたり、大きさが $0.09 \mu\text{m}$ 以上の C O P が 1.3 個/cm^2 以下であることを特徴とする貼り合わせ S O I ウエーハ。

図 1

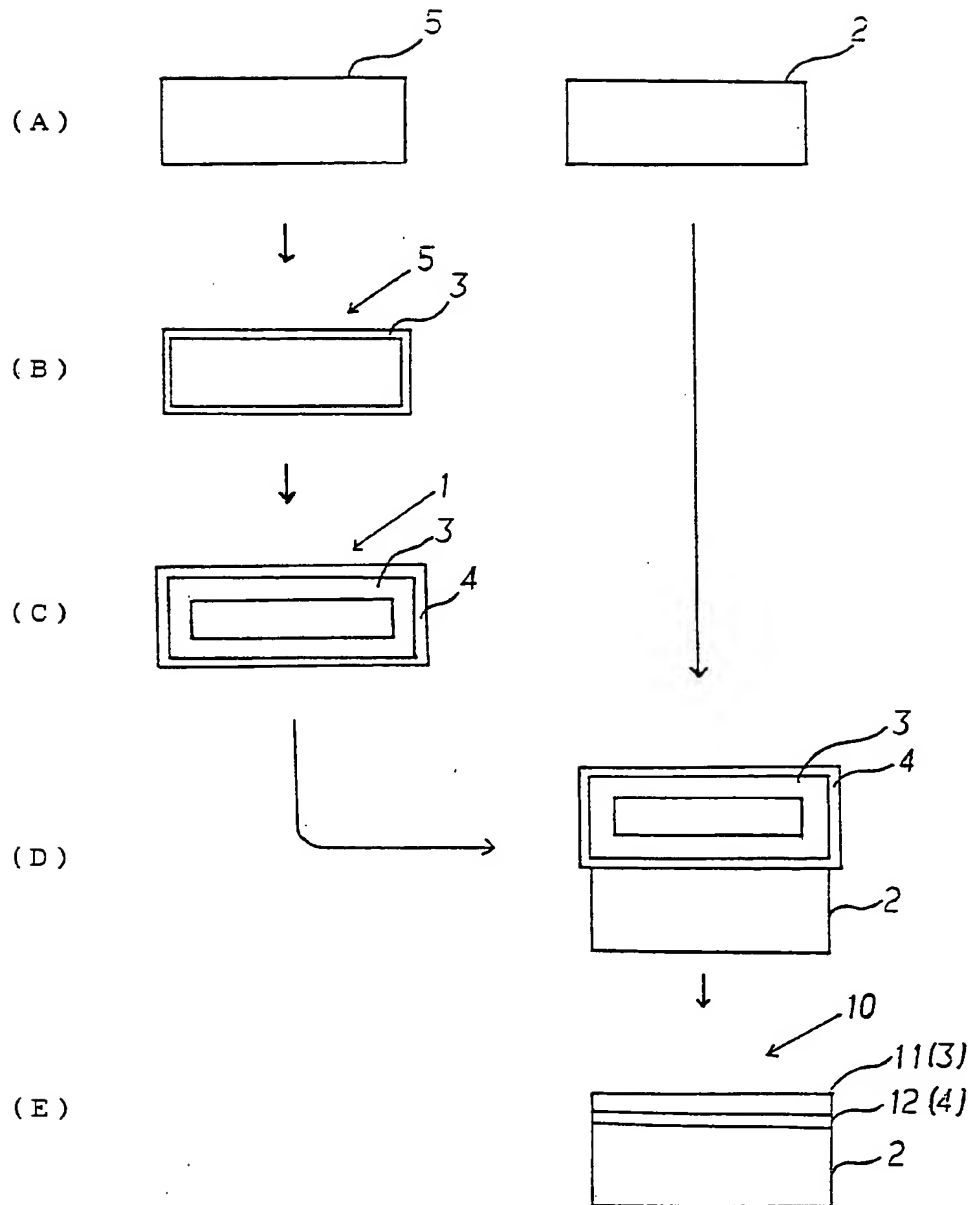


図 2

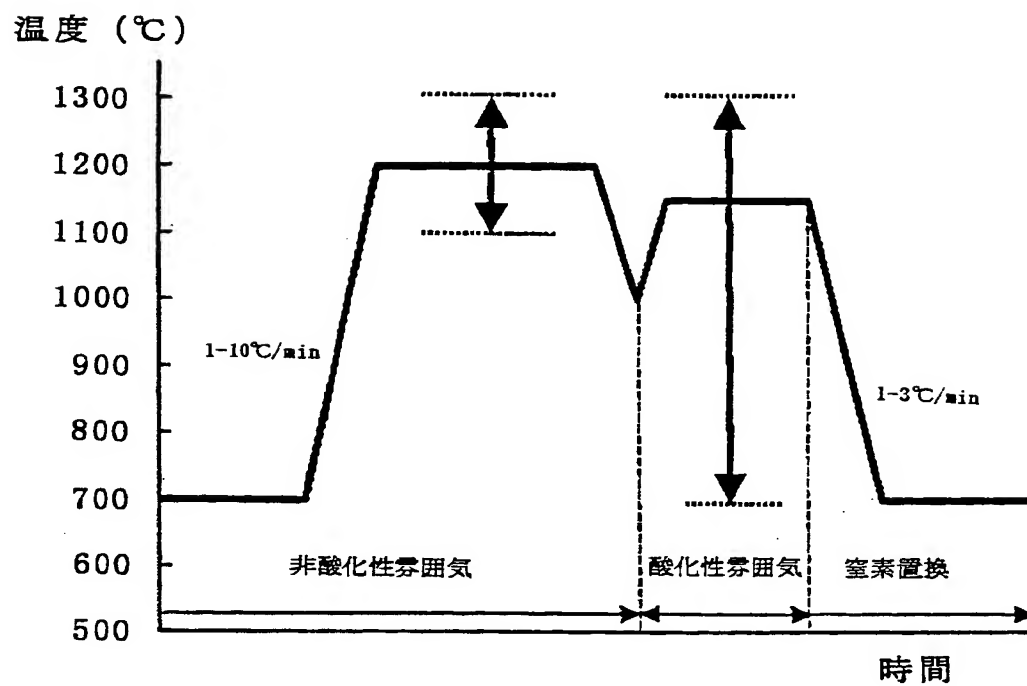


図 3

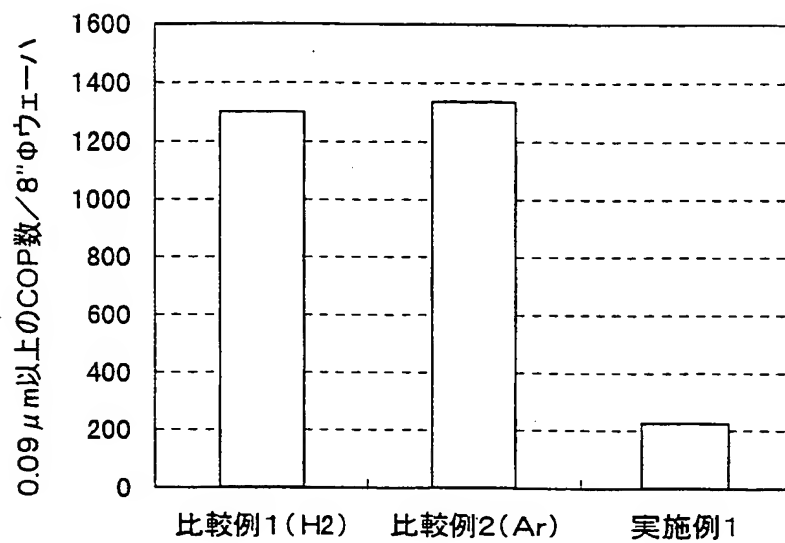


図 4

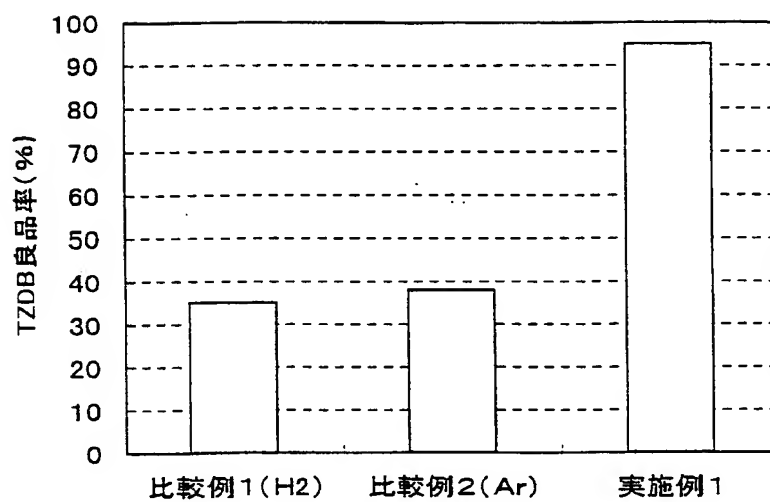


図 5

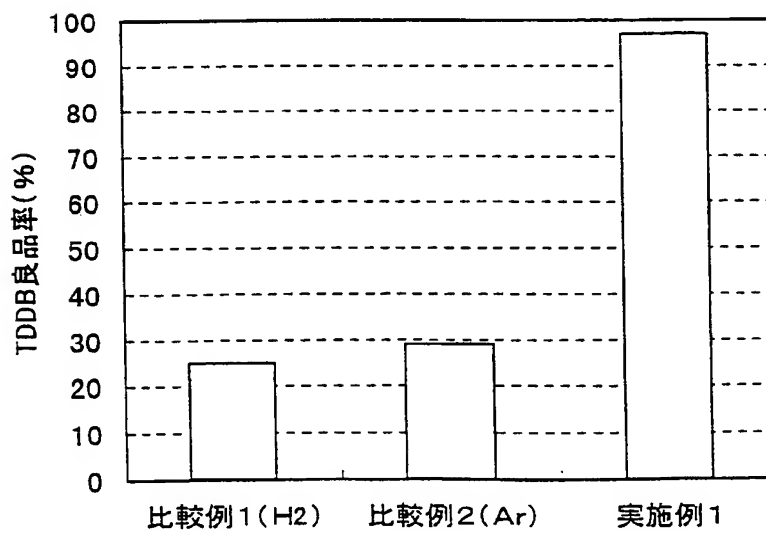


図 6

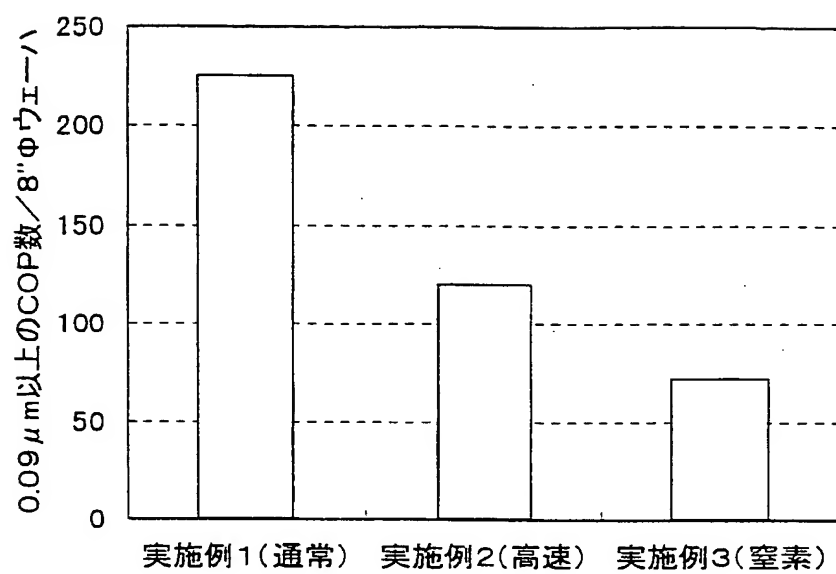


図 7

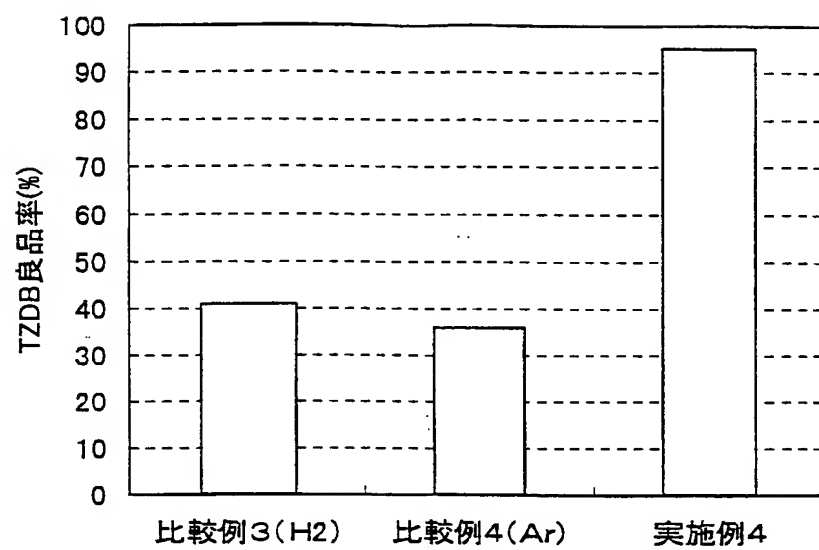


図 8

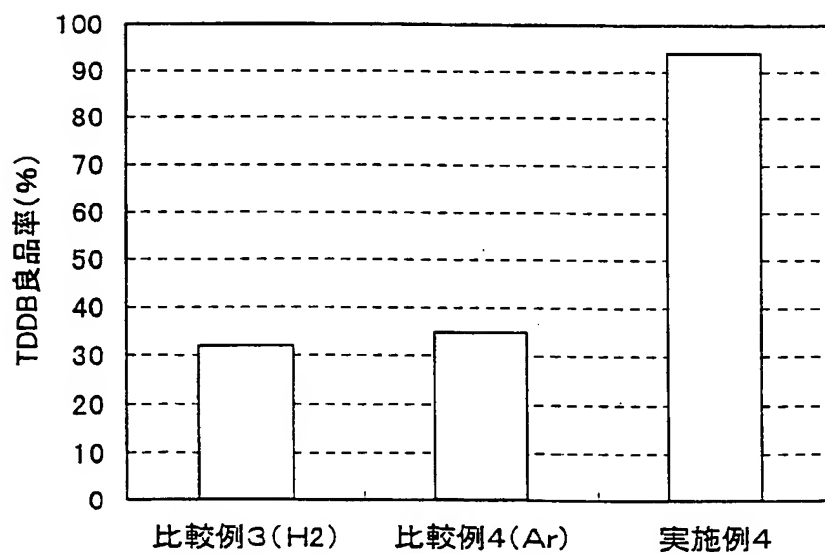


図 9 (a)

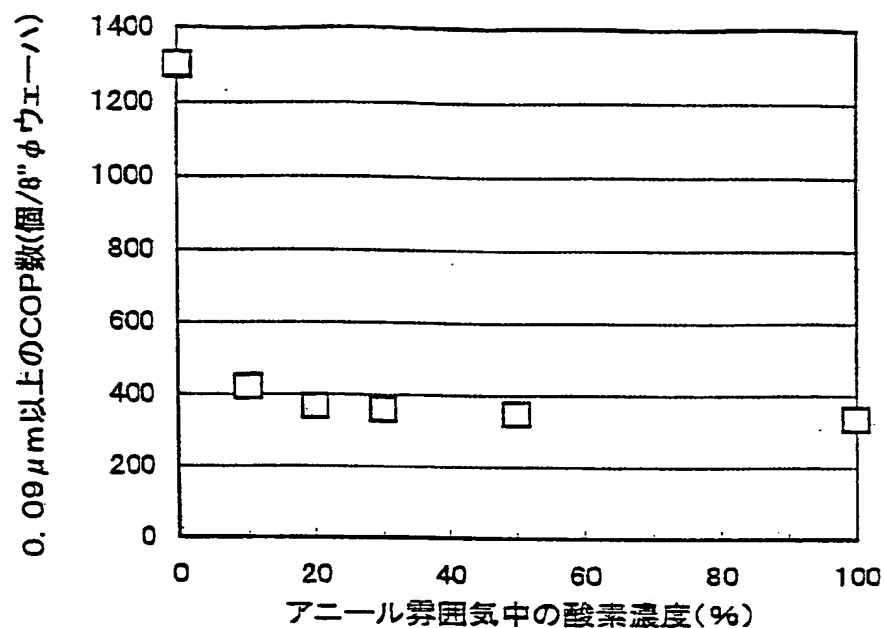


図 9 (b)

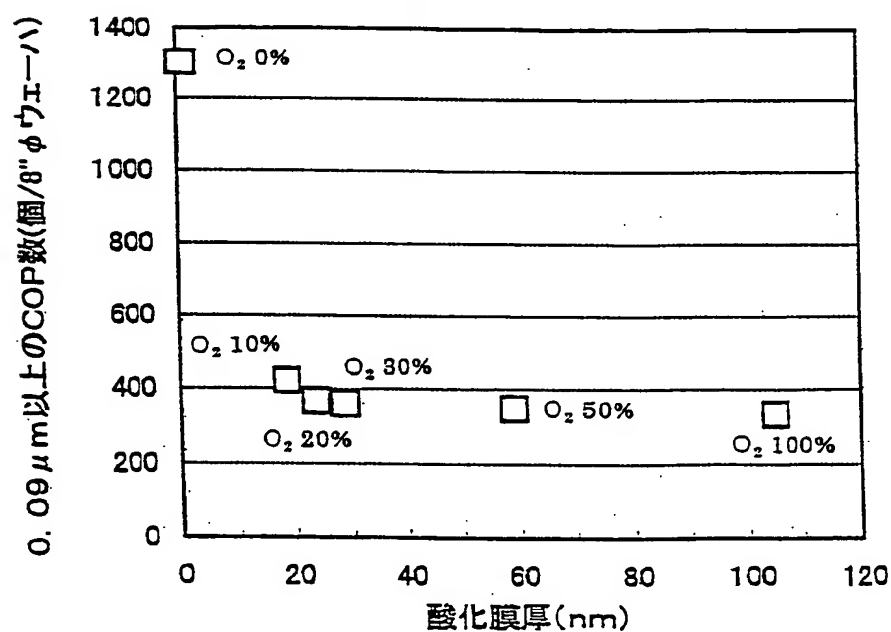
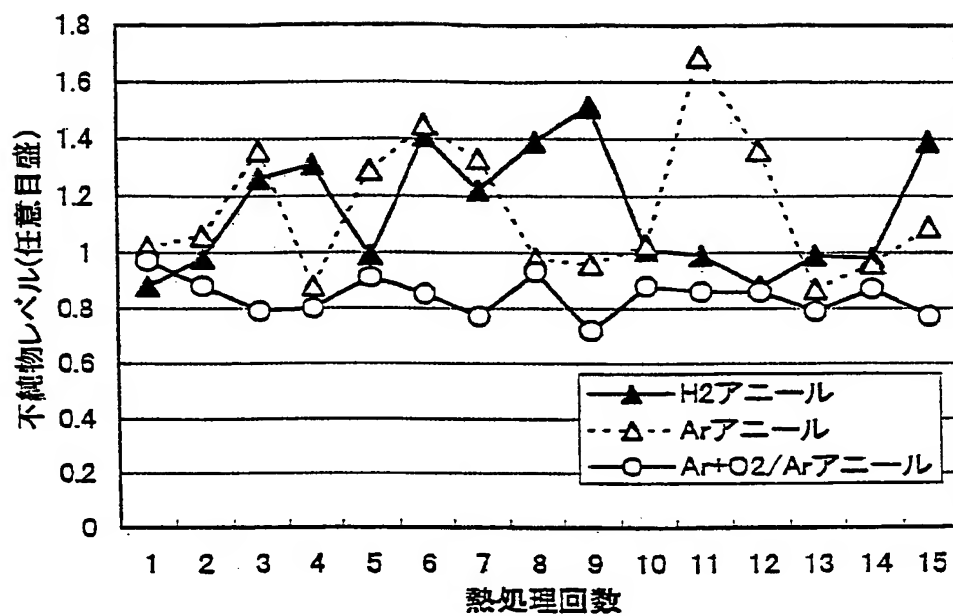


図 10



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/05594

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ H01L27/12

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ H01L27/12, H01L21/26-21/268,
H01L21/322-21/326

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2000	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JICST, [(COP+GROW)*SOI]

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 11-191617, A (Mitsubishi Materials Silicon Corp.), 13 July, 1999 (13.07.99), Full text; Figs. 1 to 2 (Family: none)	1-13
Y	Kiyoshi MITANI, "Smart Cut(R) SOI Gijutsu no Shinchoku to Doukou", Chou LSI Ultra Clean Technology Symposium, Vol.33 (Japan), UCS Handoutai kiban Gijutsu Kenkyukai, 27 May, 1999 (27.05.99) pp. 119-126	1-13
Y	JP, 10-84101, A (Shin Etsu Handotai Co., Ltd.), 31 March, 1998 (31.03.98), Full text; Figs. 1 to 4 (Family: none)	1-16
Y	JP, 7-14827, A (Hitachi, Ltd.), 17 January, 1995 (17.01.95), Full text; Figs. 1 to 10 (Family: none)	1-16
Y	JP, 5-299413, A (Toshiba Corporation), 12 November, 1993 (12.11.93), Full text; Figs. 1 to 7 (Family: none)	1-16

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
08 November, 2000 (08.11.00)

Date of mailing of the international search report
28 November, 2000 (28.11.00)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/05594

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 1-259539, A (Fujitsu Limited), 17 October, 1989 (17.10.89), Full text; Figs. 1 to 3 (Family: none)	6
Y	EP, 0797248, A2 (Shin-Etsu Handotai, Kabushiki Kaisha), 24 September, 1997 (24.09.97), Full text; Fig. 1 & JP, 9-252100, A Full text; Fig. 1 & US, 6004866, A	7
Y	JP, 4-294540, A (Nippon Steel Corporation), 19 October, 1992 (19.10.92), Full text; Figs. 1 to 7 (Family: none)	1-16
Y	US, 5935320, A (Wacker Siltronic Gesellschaft fur Halbleitermaterialien AG), 10 August, 1999 (10.08.99), Full text; Figs. 1 to 6 & JP, 10-98047, A Full text; Figs. 1 to 6 & EP, 0829559, A1 & DE, 19637182, A1	11-14
A	JP, 11-135511, A (Nippon Steel Corporation), 21 May, 1999 (21.05.99), Full text (Family: none)	1-16
A	JP, 10-98171, A (Toshiba Corporation), 14 April, 1998 (14.04.98), Full text; Figs. 1 to 4 (Family: none)	1-16

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ H01L27/12

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ H01L27/12, H01L21/26-21/268,
H01L21/322-21/326

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2000年
 日本国登録実用新案公報 1994-2000年
 日本国実用新案登録公報 1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JICST, [(COP+GROW)*SOI]

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP, 11-191617, A (三菱マテリアルシリコン株式会社) 13. 7月. 1999 (13. 07. 99) 全文, 第1-2図 (ファミリーなし)	1-13
Y	三谷清, "Smart Cut (R) SOI 技術の進捗と動向" 超LSI ウルトラクリーンテクノロジーシンポジウム Vol. 33 (日), UCS 半導体基盤技術研究会, (27. 05. 99) 第119-126頁	1-13

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

- の日の後に公表された文献
 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

08. 11. 00

国際調査報告の発送日

28.11.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
 郵便番号100-8915
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

土屋 知久

印

4 L

9835

電話番号 03-3581-1101 内線 3496

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP, 10-84101, A (信越半導体株式会社) 31. 3月. 1998 (31. 03. 98) 全文, 第1-4図 (ファミリーなし)	1-16
Y	JP, 7-14827, A (株式会社日立製作所) 17. 1月. 1995 (17. 01. 95) 全文, 第1-10図 (ファミリーなし)	1-16
Y	JP, 5-299413, A (株式会社東芝) 12. 11月. 1993 (12. 11. 93) 全文, 第1-7図 (ファミリーなし)	1-16
Y	JP, 1-259539, A (富士通株式会社) 17. 10月. 1989 (17. 10. 89) 全文, 第1-3図 (ファミリーなし)	6
Y	EP, 0797248, A2 (Shin-Etsu Handotai, Kabushiki Kaisha) 24. 9月. 1997 (24. 09. 97) 全文, 第1図 & JP, 9-252100, A 全文, 第1図 & US, 6004866, A	7
Y	JP, 4-294540, A (新日本製鐵株式会社) 19. 10月. 1992 (19. 10. 92) 全文, 第1-7図 (ファミリーなし)	1-16
Y	US, 5935320, A (Wacker Siltronic Gesellschaft für Halbleitermaterialien AG) 10. 8月. 1999 (10. 08. 99) 全文, 第1-6図 & JP, 10-98047, A 全文, 第1-6図 & EP, 0829559, A1 & DE, 19637182, A1	11-14
A	JP, 11-135511, A (新日本製鐵株式会社) 21. 5月. 1999 (21. 05. 99) 全文 (ファミリーなし)	1-16
A	JP, 10-98171, A (株式会社東芝) 14. 4月. 1998 (14. 04. 98) 全文, 第1-4図 (ファミリーなし)	1-16

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)